

```

<?xml version="1.0" encoding="utf-8" ?>
- <database>
- <rec control="add" control-id="19848245">
  - <pat-num>
    - <country>
      <code>DE</code>
    </country>
    <kind>A1</kind>
    <number>19848245</number>
  - <pub-date>
    <date>20000504</date>
  </pub-date>
  </pat-num>
  - <rec-info>
    <rec-type type="Fulltext" />
    <pub-format type="Patent" />
  </rec-info>
  - <contents>
    - <content xml:space="default" language="German" language-
      type="original">
      - <text pat-type="specification" label="detailed-description">
        <p>Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Granulierung und
          Kristallisation von thermoplastischen Polyestern oder
          Copolyestern entsprechend dem Oberbegriff des Anspruchs 1
          und Vorrichtungen zur Durchführung des Verfahrens
          entsprechend den Merkmalen der Ansprüche 12, 13 und
          14.</p>
        <p>Aus der Druckschrift US 4,436,782 ist ein Verfahren zur
          Granulierung und Weiterbehandlung eines
          Polyethylenterephthalats zu Pellets bekannt, wobei ein bei
          Temperaturen zwischen 260 und 280°C gebildetes flüssiges
          Oligomer mit einer Viskositätszahl (bzw. Intrinsic-Viskosität)
          zwischen 0,08 und 0,15 durch Düsen derart gepreßt wird, daß
          Tropfen entstehen, die durch einen Kühlraum mit
          Inertgasatmosphäre in ein Wasserbad fallen, um die Tropfen zu
          amorphen Pellets erstarren zu lassen. Aus dieser Druckschrift
          ist auch bekannt, daß anstelle eines Wasserbades eine
          Trommel oder ein Transportband die Tropfen auffangen kann,
          um sie zu amorphen Pellets zu kühlen und erstarren zu
          lassen.</p>
        <p>Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß in der vorgesehenen
          Flüssigkeit, nämlich Wasser, zum Erstarren von einem schwach
          polykondensierten Polyester, wie das Polyethylenterephthalat,
          amorphe Pellets als Vorprodukte entstehen, die erst durch
          einen weiteren energetisch und wirtschaftlich aufwendigen
          Schritt in kristalline Vorprodukte umgesetzt werden
          müssen.</p>
        <p>Aus US-PS 5,540,868 ist bekannt, wie mit unterschiedlichen
          Granulierungsverfahren aus amorphem Polyester kristalline
          Pellets hergestellt werden können. Dazu muß das amorphe
          Polyestervorprodukt auf Temperaturen über 70°C erhitzt
          werden, um den Kristallisationsprozeß auszulösen. Jedoch hat
          amorphes Polyester bei Temperaturen über 70°C den Nachteil,
          daß es eine klebrige Oberfläche aufweist. Um ein Verkleben

```

oder Verklumpen des amorphen Polyesters bei Kristallisationstemperaturen über 70°C zu verhindern, muß das Vorprodukt als Granulat vorliegen und kann in einem Wirbelbettreaktor durch entsprechende Heißgasströme in Bewegung gehalten werden, bis zumindest die Oberfläche soweit auskristallisiert ist, daß ein Verkleben der Vorprodukte ausgeschlossen ist.

<p>Während amorphes Polyester transparent ist, ist die kristalline Phase an der weißen Einfärbung deutlich zu erkennen. Üblicherweise wird zur Überwindung der Klebrigkeit von amorphem Polymer der Kristallisationsvorgang der Vorprodukte mit der weiteren verstärkten Polykondensation, die üblicherweise zwischen 200 und 230°C in einem Wirbelbettreaktor durchgeführt wird, verbunden. Dazu wird der Reaktor derart gefahren, daß zunächst zur Überwindung der Klebrigkeit eine Kristallisation bei einer optimalen Kristallisationstemperatur von ungefähr 150°C für mehrere Stunden gefahren wird und danach die Pellets oder Granulate für weitere Stunden zu höheren Kettenlängen bei Temperaturen zwischen 200 und 230°C kondensiert werden.</p>

<p>Aus der gleichen obigen Druckschrift (US 5,540,868) ist bekannt, daß die Kristallisation von Pellets auch durch einen Thermoschock ausgelöst werden kann, indem heiße Pellets auf eine kalte Oberfläche prasseln, oder umgekehrt kalte amorphe Pellets auf eine heiße Oberfläche prasseln. Anstelle von Aufprallobereflächen für eine derartige Schockkristallisation werden auch Heißgasströme für kalte amorphe Pellets und Kühlgasströme für heiße amorphe Pellets vorgeschlagen. Während das Heißgas- bzw. Kühlgasverfahren für eine Schockkristallisation den Nachteil aufweist, daß derartige Gase eine geringe Wärmekapazität besitzen und der Wärmeübergang zwischen einer festen Substanz und den Gasen eine Schockkristallisation nicht gerade fördert, hat das Verfahren der Schockkristallisation durch Aufprallen auf kalte bzw. heiße Oberflächen den Nachteil, daß ein derartiges Verfahren äußerst schwierig und damit unwirtschaftlich zu fahren ist. So variieren die Temperaturen einer heißen Platte zwischen 300 und 800°C in Abhängigkeit von der Verweildauer der Pellets auf der Platte. Bei Verwendung von Rotationsplatten wird in einem Temperaturbereich zwischen 130 und 200°C gearbeitet, wiederum in Abhängigkeit von der Verweildauer der Pellets auf der heißen Rotationsplatte. Neben den rein thermischen Problemen, die sich bei derartigen Verfahren zur Kristallisation der Pellets einstellen, sind auch erhebliche mechanische Probleme zu überwinden. Bei der gasgeführten Schockkristallisation sind neben den thermischen Problemen der Gasbeheizung bzw. Gaskühlung zusätzlich Probleme der Granulatführung im Gasstrom zu lösen. Andererseits bewirkt das Eindringen von heißen, teilweise polykondensierten Pellets in Wasser, wie es aus der eingangs genannten Druckschrift US 4,436,782 bekannt ist, lediglich die Erstarrung des Polyestermaterials zu amorphen Pellets. Eine Schockkristallisation der Pellets, wie sie aus US 5,540,868 bekannt ist, wird damit nicht erreicht.</p>

<p>Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Granulierung

und Kristallisation von thermoplastischen Polyestern und Copolyestern entsprechend dem Oberbegriff des Anspruchs 1 anzugeben und Vorrichtungen gemäß dem Oberbegriff der Ansprüche 12, 13 und 14 zu schaffen, welche die Nachteile im Stand der Technik überwinden, eine Verfahrensverkürzung herkömmlicher Granulierungsverfahren bewirken und auf bisher bekannte Verfahrensschritte und Vorrichtungen aufbauen, um zumindest oberflächenkristallisierte Granulate von teilweise polykondensierten Polyestern oder Copolyestern herzustellen.

<p>Diese Aufgabe wird mit den Merkmalen des Gegenstands der Ansprüche 1, 12, 13 und 14 gelöst.

<p>Dazu wird das Zwischenprodukt in eine Flüssigkeit eingebracht, die den Kristallisationsvorgang des Polyesters beschleunigt und den Kristallisationszustand beschleunigt herbeiführt, indem die Flüssigkeit auf über 100°C gehalten wird oder indem die Flüssigkeit Kristallisationskeime an der Oberfläche des Vorprodukts erzeugt.

<p>Diese Lösung hat den Vorteil, daß durch Einsetzen einer geeigneten Flüssigkeit, wobei reines Wasser sich im Stand der Technik als ungeeignet erwiesen hat, die Nachteile der Gasaufheizung oder Gaskühlung überwunden werden, da die Wärmekapazität von Flüssigkeiten und der Wärmeübergangswiderstand zwischen teilweise polykondensierten Vorprodukten und einer Flüssigkeit wesentlich wirkungsvoller sind als eine Gasumgebung aus dem Stand der Technik. Auch die Unwägbarkeiten, die eine Prallplattenlösung mit sich bringt, bei der es auf die Prallplattentemperatur und die Verweilzeit der Vorprodukte auf der Prallplatte wesentlich ankommt, um den Kristallisationsvorgang auszulösen und zu beschleunigen, werden mit einer Flüssigkeit, die entweder über 100°C gehalten wird, oder die selbst Kristallisationskeime an der Oberfläche des Vorprodukts erzeugt, überwunden.

<p>Derartige Kristallisationskeime können bereits durch Anlösen der Oberfläche mittels geeigneter Lösungsmittel für das teilweise polykondensierte Vorprodukt erreicht werden. In einem derartigen Fall ergibt sich der Vorteil, daß die Flüssigkeit nicht auf die optimale Kristallisationstemperatur von ungefähr 150°C aufgeheizt werden muß oder in dem optimalen Temperaturintervall, wie es aus den Temperaturgleichungen der US 5,540,868 hervorgeht, liegen muß, denn derartige, durch die Flüssigkeit hervorgerufene Kristallisationskeime verursachen überraschenderweise ebenfalls eine spontane Kristallisation, auch außerhalb des für eine spontane Kristallisation im Stand der Technik vorgegebenen Temperaturintervalls. Ein Verdünnen, Lösen oder Emulgieren der erfindungsgemäßen Kristallisationskeime bildenden Flüssigkeit durch Wasserzugabe vermindert nicht den überraschenderweise einsetzenden Kristallisationsprozeß des teilweise polykondensierten Vorprodukts.

<p>In einem bevorzugten Ausführungsbeispiel ist die Flüssigkeit eine der flüchtigen Ausgangskomponenten und/oder eine der flüchtigen Abscheidungskomponenten einer Polykondensation. Im Falle eines Polyethylenterephthalats sind die

Ausgangskomponenten ein Ethylenglycol und eine Terephthalsäure oder ein Dimethylterephthalat und als flüchtige Abscheidungskomponente der Polykondensation von Polyethylenterephthalat wird im wesentlichen Wasser und teilweise auch Ethylenglycol abgeschieden. Diese Abscheidungskomponenten können als Flüssigkeit zur Kristallisationskeimbildung an der Oberfläche des Vorproduktes vorteilhaft im Verfahren rückgeführt und eingesetzt werden.

Vorzugsweise wird für einen Polyester des Typs Polyethylenterephthalat die Flüssigkeit auf einer Temperatur im Bereich zwischen 110 bis 180°C gehalten. Amorphe Pellets, die als Vorprodukt aus einem vorhergehenden Verfahrensschritt stammen, können in ein derart heißes temperaturgeregeltes Flüssigkeitsbad eintreten und in kürzester Zeit innerhalb dieses Flüssigkeitsbades und innerhalb dieses für eine Kristallisation vorteilhaften Temperaturintervalls vom amorphen Zustand in den kristallinen Zustand überführt werden.

In einem derartigen Temperaturbereich erweist sich Wasser als ungeeignet, da es verdampfen würde, während Triethylenglycol durchaus bis zu den hohen Temperaturen von 230°C einsetzbar bleibt.

Für höhere Temperaturbereiche, in denen teilweise nicht nur allein eine Kristallisation vorteilhaft durchführbar wird, sondern auch eine weitergehende Polykondensation der Pellets ausgelöst werden kann, wird vorzugsweise Triethylenglycol eingesetzt. Dieses Triethylenglycol ist in der Flüssigkeit bis zu 100% enthalten, wenn Temperaturen zwischen 100°C und 230°C vorzugsweise einzuhalten sind.

Für Flüssigkeitstemperaturen unter 100°C sind Flüssigkeiten einsetzbar, die Kristallisationskeime an der Oberfläche des Vorproduktes erzeugen. Deshalb wird vorzugsweise als Flüssigkeit ein Ethylenglycol, ein Triethylenglycol oder Mischungen derselben bis zu einem Anteil von 100% eingesetzt. Derartige Mischungen können mit Wasser verdünnt oder in Wasser emulgiert werden, ohne daß darunter die Kristallisationskeimbildung an der Oberfläche des Vorproduktes wesentlich vermindert wird.

Da eine Kristallisation insbesondere beim teilweise polykondensierten Polyethylenterephthalat bereits bei einer Flüssigkeitstemperatur von 70°C einsetzt und mit zunehmender Temperatur beschleunigt wird, ist in dem Temperaturbereich zwischen 70 und 100°C auch reines Wasser einsetzbar, so daß sich keine amorphen Pellets wie in Wasser bei Raumtemperatur bilden, sondern oberflächenkristallisierte Pellets herstellbar werden. Jedoch kann für Wasserbäder bei diesen Temperaturen eine spontane Kristallisation des teilweise polykondensierten Polyethylenterephthalats nicht erwartet werden.

Das Verfahren kann vorzugsweise nicht nur für ein Polyethylenterephthalat (PET) eingesetzt werden, sondern auch für ein Polyester vom Typ des Polytrimethylterephthalats (PTT). Für das Polytrimethylterephthalat sind die Flüssigkeitskomponenten und die Temperaturbereiche einer

optimalen Kristallisation entsprechend anzupassen.</p>

<p>Vorzugsweise wird das erfindungsgemäße Verfahren bei der Stranggranulierung eingesetzt. Dabei erfolgt eine Pelletierung der Stränge vor und/oder nach Behandlung mit der Flüssigkeit, indem zunächst das Vorprodukt in Form von Polyestersträngen aus einer Düse austritt, in ein erstes Flüssigkeitsbad eintaucht, zu Pellets granuliert wird und die Pellets dann in ein zweites Flüssigkeitsbad eintauchen, wobei das Polyester in den Flüssigkeitsbädern kristallisiert. Werden mit dem ersten Flüssigkeitsbad die Stränge lediglich abgekühlt, so können sie als amorphe nichtklebrige Stränge einer Pelletierungsvorrichtung zugeführt werden, so daß anschließend amorphe Pellets in ein zweites Flüssigkeitsbad aus einer erfindungsgemäßen Flüssigkeit eintauchen.</p>

<p>In dem zweiten Flüssigkeitsbad werden die Pellets nicht weiter zu amorphen Pellets abgeschreckt, wie es bisher im Stand der Technik üblich ist, sondern in vorteilhafter Weise einer Kristallisationstemperatur ausgesetzt. Andererseits können sowohl das erste als auch das zweite Flüssigkeitsbad auf Temperaturen unter 100° C zum Kristallisieren gehalten werden, jedoch nur mit einer Flüssigkeit, die Kristallisationskeime an der Oberfläche des Vorproduktes erzeugt. Bei Verwendung einer derartigen Flüssigkeit bereits im ersten Flüssigkeitsbad werden der Pelletierungsvorrichtung Stränge zugeführt, die aufgrund der Kristallkeimbildung an der Oberfläche bereits oberflächenkristallisiert sind, weshalb sie nicht verkleben und deshalb auch nicht auf Temperaturen unter 70°C abgekühlt sein müssen, zumal oberflächenkristallisierte Polyesterstränge auch bei höheren Temperaturen als 70°C nicht mehr verkleben. Nach Granulierung der Stränge zu Pellets kann deren Kristallisationsprozeß in einem zweiten Flüssigkeitsbad mit einer erfindungsgemäßen Flüssigkeit fortgesetzt werden. In jedem Fall ergibt sich der Vorteil, daß der hohe Wärmeinhalt der Polyesterstränge, die aus der Düse austreten, zur kristallinen Umsetzung der Vorprodukte dieses Stranggranulierungsverfahrens durch Förderung und Beschleunigung der Kristallisation eingesetzt werden kann. Somit ist durch die erfindungsgemäße Flüssigkeit eine erhebliche Verminderung des Energiebedarfs des Gesamtverfahrens erreichbar und die Pellets sind für die Weiterverarbeitung, die im wesentlichen in der Erhöhung des Polykondensationsgrades der Pellets besteht, besser geeignet, da kristallisierte Oberflächen einen verminderten Klebeeffekt aufweisen.</p>

<p>Vorzugsweise wird das Verfahren auch bei einem Vertropfungsprozeß eingesetzt, wobei das Vorprodukt durch geeignete Vorrichtungen in Tropfenform überführt wird, die Tropfen der Flüssigkeit zugeführt werden und das Polyester der Tropfen in der erfindungsgemäßen Flüssigkeit kristallisiert. Durch Überführung der teilweise polykondensierten Polyesterschmelze in eine Tropfenform und den sich daran unmittelbar anschließenden Kristallisationsprozeß in der erfindungsgemäßen Flüssigkeit kann sowohl der Durchsatz herkömmlicher Verfahren erhöht werden und gleichzeitig die Verfahrensdauer gegenüber herkömmlichen Verfahren wesentlich verkürzt werden. Schließlich kann mit diesem

Verfahren ein kristallisiertes Granulat unterschiedlichster Polykondensationsgrade ausgeliefert werden, wobei der Polykondensationsgrad durch die Viskositätszahl (bzw. Intrinsic Viskosität) bestimmt wird. Die Angebotspalette verfügbarer kristallisierter Polykondensationsgrade kann mit dieser Erfindung insbesondere zu niedrigen Polykondensationsgraden erheblich erweitert werden. Polykondensationsgrade mit einer Viskositätszahl (bzw. Intrinsic Viskosität) unter 0,3 werden mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens darstellbar.

<p>Des weiteren kann vorzugsweise das erfindungsgemäße Verfahren bei der Heißabschlagsgranulierung eingesetzt werden, wobei ein aus einem Gießkopf austretendes Vorprodukt unmittelbar beim Austritt pelletiert wird, die Pellets der Flüssigkeit zugeführt werden und in dieser Flüssigkeit kristallisieren. Damit stehen vorteilhaft für die Weiterverarbeitung bereits vorkristallisierte oder durchkristallisierte Pellets zur Verfügung und der Energiehaushalt wird gegenüber herkömmlichen Verfahren wesentlich verbessert, so daß eine erhöhte Wirtschaftlichkeit erreicht wird.

<p>Zur Durchführung des Verfahrens wird vorzugsweise eine Vorrichtung eingesetzt, die einen Gießkopf zum Überführen der Schmelze in Stränge aufweist. Weiterhin hat die Vorrichtung eine Kühleinrichtung zur Einführung der Stränge in eine Kühlflüssigkeit und eine Granuliereinheit zum Trennen der Stränge zu Pellets, wobei eine Auffangeinrichtung, in der die Pellets mit der Flüssigkeit beaufschlagt werden, vorhanden ist. Weiterhin sorgt eine Einrichtung zur Abtrennung der Flüssigkeit von den Pellets und Einrichtungen zur Aufbereitung und Rückführung der Flüssigkeit dafür, daß die Flüssigkeit optimal eingesetzt wird. Dazu ist eine Einrichtung zum Aufrechterhalten einer Temperatur der Flüssigkeit über 100°C und/oder Zuführungseinrichtungen zum Einbringen der Flüssigkeit vorhanden, die an den Oberflächen der Pellets Kristallisationskeime erzeugt, wobei die flüssigkeitsberührenden Teile der Vorrichtung Werkstoffe aufweisen, die chemische und thermische Beständigkeit gegenüber der Flüssigkeit besitzen.

<p>Diese Vorrichtung hat den Vorteil, daß ein hoher Durchsatz von mehreren Tonnen pro Stunde des Polyesters zu auskristallisierten Pellets unter Einsatz des erfindungsgemäßen Verfahrens erreicht werden kann. Bisher waren derartige Vorrichtungen nur in der Lage, amorphe Pellets zu liefern, die bei Temperaturen über 70°C dazu neigen zu verkleben, außerdem müssen die teilweise polykondensierten Pellets in einem weiteren zeitaufwendigen Verfahren, das 8 bis 12 Stunden in Anspruch nimmt, zu hochmolekularen Polykondensaten bei Temperaturen zwischen 200 und 230°C weiterbehandelt werden, wobei etwa ein Drittel dieser Zeit durch ein Halteintervall bei einer optimalen Kristallisationstemperatur von ungefähr 150°C gebraucht wird, um ein Nichtverkleben bei weiteren Verarbeitungsschritten des Polykondensats sicherzustellen. Bei einer vorgezogenen Kristallisation im Rahmen der Abkühlung des niedrigkondensierten Polykondensats in Form von Strängen

oder Pellets wird die Prozeßdauer der Nachkondensation erheblich verkürzt und somit ein wirtschaftlicherer Weg zu hochkondensierten Polyestergranulaten und Copolyestergranulaten aufgezeigt.

<p>Eine weitere bevorzugte Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens weist einen Gießkopf auf, an den sich unmittelbar eine Heißabschlagsvorrichtung zum Pelletieren des aus dem Gießkopf austretenden Materials zu Pellets anschließt. Eine Auffangvorrichtung beaufschlagt die Pellets mit der erfindungsgemäßen Flüssigkeit, und eine Einrichtung zur Abtrennung der Flüssigkeit von den Pellets und eine Einrichtung zum Aufbereiten und Rückführen der Flüssigkeit sorgen dafür, daß die Flüssigkeit wirtschaftlich eingesetzt werden kann. Darüber hinaus weist die Vorrichtung eine Einrichtung zum Aufrechterhalten einer Temperatur der Flüssigkeit über 100°C und/oder Zuführungseinrichtungen zum Einbringen von Flüssigkeiten, die an den Oberflächen der Pellets Kristallisationskeime erzeugen, aufweist. Ferner weisen die flüssigkeitsberührenden Teile der Vorrichtung Werkstoffe auf, die chemische und thermische Beständigkeit gegenüber der Flüssigkeit besitzen.

<p>Mit einer derartigen Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens können noch effektiver die Vorteile der gegenwärtigen Erfindung genutzt werden. Jedoch kann, im Gegensatz zu der Vorrichtung zum Stranggranulieren, ein nur begrenzter Durchsatz mit dieser Vorrichtung erreicht werden, da durch die Heißabschlagsvorrichtung das kontinuierliche und Hochgeschwindigkeitsausbringen von Strängen aus dem Gießkopf nur begrenzt realisiert werden kann. Jedoch wirkt sich auch hier die Vorkristallisation durch die erfindungsgemäße Flüssigkeit auf den Gesamtdurchsatz einer derartigen Anlage aus, da auf eine stundenlange Nachkristallisation in den darauffolgenden Bearbeitungsschritten verzichtet werden kann.

<p>Eine weitere bevorzugte Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens weist einen Gießkopf auf, der durch geeignete Maßnahmen wie Vibration, Versprühen oder Schleudern tropfenförmige Pellets bildet. In einer Auffangvorrichtung werden die Pellets mit der erfindungsgemäßen Flüssigkeit beaufschlagt und eine Einrichtung zur Abtrennung der Flüssigkeit von den Pellets und eine weitere Einrichtung zur Aufbereitung und Rückführung der Flüssigkeit sorgen für eine optimale Nutzung der erfindungsgemäßen Flüssigkeit. Ferner weist auch diese Vorrichtung eine Einrichtung zum Aufrechterhalten einer Temperatur der Flüssigkeit über 100°C und/oder Zuführeinrichtungen zum Einbringen von Flüssigkeiten auf, die an den Oberflächen der Pellets Kristallisationskeime erzeugen, und flüssigkeitsberührende Teile der Vorrichtung sind aus Werkstoffen gebildet, die chemische und thermische Beständigkeit gegenüber der Flüssigkeit aufweisen.

<p>Auch diese Vorrichtung zeigt vorteilhaft, daß mit der Einführung der erfindungsgemäßen Flüssigkeit die Vorrichtung wesentlich effektiver wird, zumal die Schmelzwärme, die in den Tropfen steckt, unmittelbar in Kristallisationswärme in der

Flüssigkeit umgesetzt wird, so daß eine langandauernde Nachkristallisation im Rahmen der nachfolgenden Vorrichtungskomponenten vermieden werden kann.</p>

<p>Es wird zwar keine der bisher bekannten Vorrichtungskomponenten eingespart, sondern durch die Einrichtung zum Aufrechterhalten einer Temperatur der Flüssigkeit und durch die Zuführungseinrichtung zum Einbringen von Flüssigkeiten, die an der Oberfläche der Pellets Kristallisationskeime erzeugen und schließlich durch den Einsatz von geeigneten Werkstoffen, die chemisch und thermisch beständig gegenüber der Flüssigkeit sind, der Investitionspreis für eine derartige Vorrichtung gegenüber herkömmlichen Vorrichtungen erhöht, aber dafür kann die gesamte Prozeßführung schneller durchgeführt werden und Vorprodukte bereitgestellt werden, die bisher auf dem Markt in der Form nicht erhältlich sind.</p>

<p>Weitere Merkmale, Vorteile und bevorzugte Anwendungen der Erfindung werden in den folgenden Beispielen beschrieben.</p>

<p>Beispiel 1</p>

<p>Ein Polyethylenterephthalat (PET) mit einer Viskositätszahl (bzw. Intrinsic Viskosität) von 0,6 wird mit einer Temperatur von 285°C durch einen Gießer ausgetragen und zu einer Vielzahl von einzelnen Strängen geformt. Diese Stränge werden einem Kühlbad aus Wasser bei 20°C zugeführt. In diesem Wasserbad werden die Stränge während einer Verweilzeit von ca. 0,4 s auf einen schneidfähigen Zustand abgekühlt.</p>

<p>Nach Verlassen des Wasserbades werden die Stränge in einem Stranggranulator pelletiert. Die Pellets gelangen als Vorprodukt in ein zweites Flüssigkeitsbad, das mit Triethylglycol (TEG) gefüllt ist und auf einer Temperatur von 150°C gehalten wird. Die Verweilzeit in diesem zweiten Bad beträgt 10 Minuten für die Pellets. Anschließend werden die kristallisierten Pellets dem Flüssigkeitsabscheider zugeführt und wird der Kristallisationsgrad der Pellets von 80% gemessen. Dazu wird die dynamische Differenz-Kalorimetrie (bzw. Dynamic Scanning CalorimetryDSC) eingesetzt.</p>

<p>Beispiel 2</p>

<p>Ein Polyethylenterephthalat mit einer geringen Viskositätszahl von 0,15 wird bei einer Schmelzentemperatur von 250°C aus einer Gießdüse ausgetragen. Der Düsendurchmesser beträgt jeweils 0,5 mm. Beim Austragen werden die austretenden Schmelzenstränge durch Vibration vertropft. Dabei entstehen Tropfen mit einem Durchmesser von etwa 1,2 mm. Diese fallen nach einer Fallstrecke von ca. 10 cm in ein mit Ethylenglycol (EG) von 20°C gefülltes Flüssigkeitsbad, in dem sie bereits nach einer Verweilzeit von Bruchteilen von Sekunden durch Farbänderung von Transparent auf Weiß eine Kristallisation anzeigen. Durch DSC-Messungen ergeben sich Kristallisationsgrade von 100%.</p>

<p>Beispiel 3</p>

<p>In einer Heißabschlagsvorrichtung wird eine Schmelze eines thermoplastischen Polyesters nach einer teilweisen Polykondensation bei einer Viskositätszahl von 0,3 als Pellets

ausgetragen und in einer Auffangvorrichtung mit der erfindungsgemäßen Flüssigkeit beaufschlagt. Die Flüssigkeit wird dazu auf einer Temperatur von ca. 140 bis 160°C gehalten und besteht im wesentlichen aus Triethylglycol (TEG). Nach einer Verweilzeit von ca. 10 Minuten in der temperierten Flüssigkeit wird in einer Einrichtung zur Abtrennung der Flüssigkeit von den Pellets die Flüssigkeit abgetrennt und mittels geeigneten Einrichtungen aufbereitet und rückgeführt. Die getrockneten Pellets zeigen einen hohen Kristallisationsgrad und können unmittelbar weiter verarbeitet werden.

<p>Beispiel 4</p>

<p>In einer Vertropfungsanlage werden Polyethylenterephthalat-(PET)Schmelzentropfen in einen Flüssigkeitskanal, der Triethylenglycol enthält, eingetragen und auf Temperaturen zwischen 140° C und 150° C gehalten wird. Nach einer Verweilzeit von etwa 15 Minuten in der Flüssigkeit (aus TEG) wird diese von den erstarrten durchkristallisierten tropfenförmigen Pellets getrennt und nach Aufbereitung der Flüssigkeit wird diese dem Prozess wieder zugeführt.

<p>Beispiel 5</p>

<p>In einer Stranggranulieranlage wird mittels eines Gießkopfes eine Schmelze aus Polyethylenterephthalat in Stränge überführt. Die Stränge durchlaufen für 0,4 s eine Vorkühleinrichtung, die mit einer Ethylenglycol enthaltenden Flüssigkeit gefüllt ist. Die Ethylenglycolflüssigkeit wird auf ca. 50°C gehalten, so daß sich die Stränge abkühlen und sich gleichzeitig an deren Oberflächen Kristallisationskeime bilden. Die derart vorbehandelten Stränge werden einer Granuliereinheit zum Trennen der Stränge in Pellets zugeführt. Die dabei entstehenden Pellets werden einer Auffangvorrichtung anschließend zugeführt, die mit Triethylenglycol gefüllt ist, das auf einer Temperatur zwischen 130 und 160°C gehalten wird. In der Auffangvorrichtung verbleiben die Pellets für weitere 5 Minuten und werden dann der Einrichtung zur Abtrennung der Flüssigkeit von den Pellets zugeführt, in der die Flüssigkeit zur weiteren Aufbereitung und Rückführung zurückgewonnen wird.

<p>In diesem Ausführungsbeispiel wird vorteilhaft eine Kombination zwischen keimbildender Flüssigkeit aus Ethylenglycol, das in den Oberflächen der Stränge Keimbildungszentren bei bereits niedriger Temperatur bildet, und einer dadurch erheblich beschleunigten Durchkristallisation durchgeführt, die nach der Pelletierung in einem Triethylenglycolbad erfolgt, das auf einer Temperatur gehalten wird, bei der optimale Kristallisationsbedingungen herrschen.

</text>

- <text pat-type="claims">

- <list type="numbered">

1. Verfahren zur Granulierung und Kristallisation von thermoplastischen Polyestern oder Copolyestern nach einer teilweisen Polykondensation zu einem Vorprodukt, wobei das Vorprodukt in eine Flüssigkeit eingebracht

wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit nach dem Eintritt des Vorprodukts in die Flüssigkeit den Kristallisationsvorgang des Polyesters beschleunigt und den Kristallisationszustand beschleunigt herbeiführt, daß die Flüssigkeit auf über 100°C gehalten wird oder, daß die Flüssigkeit Kristallisationskeime an der Oberfläche des Vorprodukts erzeugt.

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit eine der flüssigen Ausgangskomponenten und/oder eine der flüchtigen Abscheidungskomponenten einer Polykondensation ist.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit auf einer Temperatur im Bereich zwischen 110°C bis 180°C vorzugsweise für ein Polyester des Typs Polyethylenterephthalat gehalten wird.
- 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit für Temperaturbereiche zwischen 100°C und 150°C Ethylenglycol bis zu Anteilen von 100% enthält.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit zwischen 100°C und 230°C Triethylenglycol bis zu Anteilen von 100% enthält.
- 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit für Temperaturen unter 100°C ein Ethylenglycol, ein Triethylenglycol oder Mischungen derselben bis zu einem Anteil von 100% enthält.
- 7. Verfahren nach Anspruch 1 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit für Temperaturen unter 100°C eine Mischung aus Ethylenglycol oder Triethylenglycol und Wasser bis zu Anteilen von 100% enthält.
- 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß als Polyester ein Polytrimethylterephthalat (PTT) oder ein Polyethylenterephthalat (PET) eingesetzt wird.
- 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren bei der Stranggranulierung eingesetzt wird, wobei eine Pelletierung der Stränge vor und/oder nach Behandlung mit der Flüssigkeit erfolgt, indem zunächst das Vorprodukt in Form von Polyestersträngen aus einer Düse austritt, in ein erstes Flüssigkeitsbad eintaucht, zu Pellets granuliert wird und die Pellets dann in ein zweites Flüssigkeitsbad eintauchen, wobei das Polyester in den Flüssigkeitsbädern kristallisiert.
- 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren bei der Heißabschlagsgranulierung eingesetzt wird, wobei ein aus einem Gießkopf austretendes Vorprodukt unmittelbar beim Austritt pelletiert wird, die Pellets der Flüssigkeit zugeführt werden und in dieser Flüssigkeit kristallisieren.
- 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren bei einem

Vertropfungsprozeß eingesetzt wird, wobei das Vorprodukt durch geeignete Vorrichtungen in Tropfenform überführt wird, die Tropfen der Flüssigkeit zugeführt werden und das Polyester der Tropfen kristallisiert.

- 12. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 bis 9, aufweisend: einen Gießkopf zum Überführen der Schmelze in Stränge, eine Vorkühleinrichtung zur Einführung der Stränge in eine Kühlflüssigkeit, eine Granuliereinheit zum Trennen der Stränge zu Pellets, eine Auffangvorrichtung, in der die Pellets mit der Flüssigkeit beaufschlagt werden, eine Einrichtung zur Abtrennung der Flüssigkeit von den Pellets und Einrichtungen zur Aufbereitung und Rückführung der Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung eine Einrichtung zum Aufrechterhalten einer Temperatur der Flüssigkeit über 100°C und/oder Zuführeinrichtungen zum Einbringen von Flüssigkeiten aufweist, die an den Oberflächen der Pellets Kristallisationskeime erzeugen, und daß die flüssigkeitsberührenden Teile der Vorrichtung Werkstoffe aufweisen, die chemische und thermische Beständigkeit gegenüber der Flüssigkeit besitzen.**
- 13. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 bis 8 oder Anspruch 10, aufweisend einen Gießkopf, eine Heißabschlagsvorrichtung zum Pelletieren des aus dem Gießkopf austretenden Materials zu Pellets, eine Auffangvorrichtung, in der die Pellets mit der Flüssigkeit beaufschlagt werden, eine Einrichtung zur Abtrennung der Flüssigkeit von den Pellets, und eine Einrichtung zur Aufbereitung und Rückführung der Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung eine Einrichtung zum Aufrechterhalten einer Temperatur der Flüssigkeit über 100°C und/oder Zuführeinrichtungen zum Einbringen von Flüssigkeiten aufweist, die an den Oberflächen der Pellets Kristallisationskeime erzeugen, und daß die flüssigkeitsberührenden Teile der Vorrichtung Werkstoffe aufweisen, die chemische und thermische Beständigkeit gegenüber der Flüssigkeit besitzen.**
- 14. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 bis 8 oder Anspruch 11, aufweisend einen Gießkopf, der durch geeignete Maßnahmen, wie Vibration, Versprühen oder Schleudern tropfenförmige Pellets bildet, eine Auffangvorrichtung, in der die Pellets mit der Flüssigkeit beaufschlagt werden, eine Einrichtung zur Abtrennung der Flüssigkeit von den Pellets, und eine Einrichtung zur Aufbereitung und Rückführung der Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung eine Einrichtung zum Aufrechterhalten einer Temperatur der Flüssigkeit über 100°C und/oder Zuführeinrichtungen zum Einbringen von Flüssigkeiten aufweist, die an den Oberflächen der Pellets Kristallisationskeime erzeugen, und daß die flüssigkeitsberührenden Teile der Vorrichtung Werkstoffe aufweisen, die chemische und thermische Beständigkeit gegenüber der Flüssigkeit besitzen.**

</list>

- </text>
- </content>
- <content xml:space="default" language="English" language-type="translation">
 - <text pat-type="specification" label="detailed-description">
 - <p>The invention concerns a procedure for the granulation and crystallization of thermoplastic polyesters or Copolyestern according to the generic term of the demand 1 and devices for the execution of the procedure according to the characteristics of the demands 12, 13 and 14.</p>
 - <p>From the block letters US 4.436.782 a procedure for granulation and subsequent treatment of a polyethylene terephthalate for pellets is well-known, whereby a liquid Oligomer with a coefficient of viscosity (and/or Intrinsic viscosity) between 0,08 and 0,15, formed at temperatures between 260 and 280°C, is pressed in such a manner by nozzles that drops arise, which fall by a refrigerating chamber with inert gas atmosphere into a wasserbad, in order to let the drops solidify to amorphous pellets. From this block letters it is also well-known that in place of a wasserbades a drum or a conveyor can catch the drops, in order to cool and solidify let them to amorphous pellets.</p>
 - <p>This procedure has the disadvantage that in the envisaged liquid, i.e. water, for solidifying a weakly polykondensierten polyester, as the polyethylene terephthalate, amorphous pellets as vorprodukte to arise, which must be converted only by a further energetically and economically complex writing into crystalline vorprodukte.</p>
 - <p>From US-HP of 5.540.868 is well-known, as with divergent granulation procedures of amorphous polyester crystalline pellets can be made. In addition the amorphous polyester before product on temperatures over 70°C must be heated up, in order to release the crystallization trial. However amorphous polyester has the disadvantage at temperatures over 70°C that it exhibits a sticky surface. In order to hinder a sticking together or a clumping of the amorphous polyester with crystallization temperatures over 70°C, the vorprodukt must as granulates be present and can in a fluid bed reactor by appropriate hot gas stream in motion be held, until at least the surface crystallized so far that sticking of the vorprodukte together is impossible.</p>
 - <p>While amorphous is polyester transparency, the crystalline phase is to be recognized to the white Einfärbung clearly. Usually for the overcoming of the tackness the further polycondensation intensified by amorphous polymer the crystallization arrangement of the vorprodukte is connected with, which is usually accomplished between 200 and 230°C in a fluid bed reactor. In addition the reactor is driven in such a manner that first for the overcoming of the tackness a crystallization is driven with an optimum crystallization temperature of approximately 150°C for several hours and afterwards the pellets or the granulates are condensed for further hours to higher chain lengths at temperatures between 200 and 230°C.</p>
 - <p>From the same above block letters (US 5.540.868) it is well-

known that the crystallization can be released by pellets also by a thermal shock, as hot pellets sizzle on a cold surface, or turned around cold amorphous pellets on a hot surface to sizzle. In place of impact surfaces for a such shock crystallization also hot gas stream for cold amorphous pellets and cooling gas flows for hot amorphous pellets are proposed. While the hot gas and/or cooling gas procedure exhibits the disadvantage for a shock crystallization the fact that such gases possess a small thermal capacity and the heat transfer between a solid substance and the gases does not promote a shock crystallization straight has the procedure of the shock crystallization by striking cold and/or hot surfaces the disadvantage that a such procedure is to be driven extremely with difficulty and thus uneconomically. Thus the temperatures of a hot plate between 300 and 800°C as a function of the period spent of the pellets on the plate vary. When using rotation plates in a temperature range between 130 and 200°C one works, again as a function of the period spent of the pellets on the hot rotation plate. Apart from the purely thermal problems, which employ themselves with such procedures for the crystallization of the pellets, also substantial mechanical problems are to be overcome. With the gas-conducted shock crystallization additionally problems of the granulates guidance are to be solved in the gas flow apart from the thermal problems of the gas firing and/or gaskuehlung. On the other hand the penetration of hot causes, partly polykondensierten pellets in water, like it from the block letters initially specified US 4.436.782 admits is, only the solidification of the polyester material to amorphous pellets. A shock crystallization of the pellets, as it admits 5.540.868 from US is, is not achieved thereby.

<p>Task of the invention is it to indicate a procedure for the granulation and crystallization of thermoplastic polyesters and Copolyestern according to the generic term of the demand 1 and devices pursuant to the generic term of the demands 12 to establish 13 and 14 which overcome the disadvantages while stationary of the technology, a procedure verfahrensverkuerzung of conventional granulation procedures causes and on well-known process steps and devices constructs, in order to manufacture at least surface-crystallized granulates of partly polykondensierten polyesters or Copolyestern.</p>

<p>This task is solved with the characteristics of the the subject of the demands 1, 12, 13 and 14.</p>

<p>In addition the intermediate product is brought into a liquid, which the crystallization arrangement of the polyester accelerated and which crystallization condition causes accelerated, as the liquid is held over 100°C or as the liquid produces crystallization germs at the surface of the vorprodukts.</p>

<p>This solution has the benefit that by assigning a suitable liquid, whereby pure water proved while stationary of the technology as unsuitable the disadvantages of the gas heating or gaskuehlung are overcome, since the thermal capacity of liquids and the thermal resistance between partly

polykondensierten vorprodukten and a liquid are substantially more effective than a gas environment from the state of the art. Also the imponderables, which an impact plate solution brings with itself, with which it depends substantial on the impact plate temperature and the retention time of the vorprodukte on the impact plate, in order to release and accelerate the crystallization arrangement, becomes with a liquid, which is held either over 100°C, or which produces even crystallization germs at the surface of the vorprodukts, overcome.

<p>Such crystallization germs can be already achieved by Anlösen of the surface by means of suitable solvents for the partial polykondensierte vorprodukt. In a such case the benefit results that the liquid must to be heated not on the optimum crystallization temperature of approximately 150°C or in the optimum temperature range, as it follows from the temperature equations of US 5.540.868 lie does not have, because such crystallization germs caused by the liquid causes a spontaneous crystallization surprisingly likewise, also outside of the temperature range described for a spontaneous crystallization while stationary of the technology. Diluting, a loosening or emulsifying of the crystallization germs according to invention forming liquid by wasserzugabe do not decrease the surprisingly assigning crystallization trial partial of the polykondensierten vorprodukts.

<p>In a preferential implementation example the liquid is one of the volatile output components and/or one of the volatile separation components of a polycondensation. In the case of a polyethylene terephthalate the output components are a Ethylenglycol and a Terephthalsaeure or a Dimethylterephthalat and as volatile separation component of the polycondensation of polyethylene terephthalate water and partly also Ethylenglycol are essentially separated. These separation components can be reconducted and used as liquid for crystallization germ formation at the surface of the vorproduktes favourably in the procedure.

<p>Preferably as a polyester of the type polyethylene terephthalate the liquid is regarded on a temperature within the range between 110 to 180°C. Amorphous pellets, which originate as vorprodukt from a preceding process step, can be occurred such a hot temperature-controlled liquid bath and be transferred in shortest time within this liquid bath and within this temperature range favourable for a crystallization by the amorphous condition the crystalline condition.

<p>In a such temperature range water proves as unsuitable, since it would evaporate, while Triethylenglycol remains applicable quite up to the high temperatures by 230°C.

<p>For higher temperature ranges, in which partly not only alone a crystallization becomes favourably feasible, but also a large polycondensation of the pellets to be released can, Triethylenglycol is preferably assigned. This Triethylenglycol is contained in the liquid up to 100%, if temperatures between 100°C and 230°C are to be preferably observed.

<p>For liquid temperatures under 100°C liquids are applicable, which produce crystallization germs at the surface of the

vorproduktes. Therefore as liquid a Ethylenglycol, a Triethylenglycol or mixtures the same up to a portion of 100% are preferably used. Such mixtures can be diluted with water or emulsified in water, without under it the crystallization germ formation at the surface of the vorproduktes is substantially decreased.

<p>Since a crystallization already begins in particular with the partly polykondensierten polyethylene terephthalate at a liquid temperature of 70°C and is accelerated with increasing temperature, also pure water is applicable, so that no amorphous pellets form as in water at ambient temperature, but surface-crystallized pellets becomes producible in the temperature range between 70 and 100°C. However a spontaneous crystallization partial of the polykondensierten polyethylene terephthalate cannot be expected for wasserbaeder at these temperatures.

<p>The procedure can be used preferably not only for a polyethylene terephthalate (PET), but also for a polyester of the type of the Polytrimethylterephthalats (PTT). For the Polytrimethylterephthalat the liquid components and the temperature ranges of an optimum crystallization are to be adapted accordingly.

<p>Preferably the procedure according to invention is assigned during strand granulation. A Pelletierung of the strands before and/or after treatment with the liquid, as first the vorprodukt withdraws in the form of polyester watering gene from a nozzle, is affected into a first liquid bath dives, to pellets is granulated and the pellets into a second liquid bath to then dive, whereby that crystallizes polyesters in the liquid baths. With the first liquid bath if the strands are only cooled down, then they can be supplied as amorphous not-sticky strands of a Pelletierungsvorrichtung, so that afterwards amorphous pellets dive into a second liquid bath from a liquid according to invention.

<p>In the second liquid bath the pellets are continued to deter not to amorphous pellets, as it is usual so far while stationary of the technology, but in favourable way of a crystallization temperature suspended. On the other hand both first and the second liquid bath can be held temperatures under 100° C for crystallization, however only with a liquid, which produces crystallization germs at the surface of the vorproduktes. In the case of use of a such liquid in the first liquid bath the Pelletierungsvorrichtung strands are already supplied, which are already surface-crystallized due to the incipient crystal constitution at the surface, why they do not stick together and do not have therefore also on temperatures under 70°C to be cooled down, particularly surface-crystallized polyester strands even at higher temperatures than 70°C any longer do not stick together. After granulation of the strands to pellets their crystallization trial in a second liquid bath can be continued with a liquid according to invention. In each case the benefit results that the high heat capacity of the polyester strands, which withdraw from the nozzle can be used for the crystalline conversion of the vorprodukte of this strand granulation procedure by promotion and acceleration of the crystallization.

Thus a substantial reduction of the energy requirements of the total procedure is attainable and the pellets is for the subsequent treatment, which essentially exists in the increase of the polycondensation degree of the pellets, better suitably, there crystallized surfaces a decreased sticking effect exhibits by the liquid according to invention.

Preferably the procedure is assigned also with a dripping trial, whereby the vorprodukt is transferred by suitable devices in drop form, the drops of the liquid is supplied and polyesters of the drops in the liquid according to invention crystallizes. By transfer of the partial polykondensierten polyester melt into a drop form and itself the crystallization trial in the liquid, according to invention following directly to it, both the throughput of conventional procedures can be increased and be substantially shortened at the same time the procedure duration in relation to conventional procedures. Finally crystallized granulates of most divergent polycondensation degrees can be delivered with this procedure, whereby the polycondensation degree is determined by the coefficient of viscosity (and/or Intrinsic viscosity). The offer pallet of available crystallized polycondensation degrees can be substantially extended with this invention in particular to low polycondensation degrees. Polycondensation degrees with a coefficient of viscosity (and/or Intrinsic viscosity) under 0,3 become representable with the help of the procedure according to invention.

The moreover the procedure according to invention can be preferably used during hot deduction granulation, whereby a vorprodukt withdrawing from a runner is pelletiert directly with the withdrawal, the pellets of the liquid to be supplied and in this liquid crystallize. Thus favourably pellets for order and the energy balance stand in relation to conventional procedures are substantially improved for the subsequent treatment already before-crystallized or through-crystallized, so that a increased economy is achieved.

For the execution of the procedure a device is preferably assigned, which exhibits a runner for transferring the melt into strands. Further has device cooling equipment to introduction strands in coolant and granulation unity to separation strands to pellets, whereby a buffer, in which the pellets with the liquid are subjected, is present. Further a installation ensures for the separation of the liquid of the pellets and installations for the dressing and feedback of the liquid for the fact that the liquid is optimum assigned. In addition a installation is present for maintaining a temperature of the liquid over 100°C and/or supply installations for bringing in the liquid, which produces crystallization germs at the surfaces of the pellets, whereby the liquid-affecting parts of the device exhibit materials, which possess chemical and thermal stability opposite the liquid.

This device has the benefit that a high throughput of several tons per hour of the polyester can be achieved to crystallized pellets under use of the procedure according to invention. So far such devices were only in a the position to supply amorphous pellets at temperatures over 70°C in addition bend to stick together, in addition the partial polykondensierten

pellets in a further time-consuming procedure, which takes up 8 to 12 hours, must be further-treated to high-molecular polycondensation products at temperatures between 200 and 230°C, whereby for instance a third of this time by a retaining interval with an optimum crystallization temperature of ungefähr 150°C are used, in order a Nichtverkleben with further processing steps of the polycondensation product to ensure. With a preferred crystallization in the context of the cooling of the lowcondensed polycondensation product in the form of strands or pellets the trial duration of the Nachkondensation is substantially shortened and thus a more economical way to high-condensed polyester granulates and Copolyestergranulaten is pointed out.

<p>A further preferential device for the execution of the procedure exhibits a runner, which a hot deduction device follows directly to the Pelletieren of the material withdrawing from the runner to pellets. A trap subjects the pellets with the liquid according to invention, and a installation for the separation of the liquid of the pellets and a installation for preparing and reconducting the liquid ensure for the fact that the liquid can be assigned economically. Beyond that the device points a installation for maintaining a temperature of the liquid over 100°C and/or supply installations for bringing in liquids, which produce crystallization germs at the surfaces of the pellets, exhibits. Furthermore the liquid-affecting parts of the device exhibit materials, which possess chemical and thermal stability opposite the liquid.

<p>With a such device for the execution of the procedure still more effectively the benefits of the present invention can be used. However, contrary to the device for strand granulating, an only limited throughput with this device can be achieved, since by the hot deduction device the continuous and high-speed yield of strands from the runner can be realized only limited. However the Vorkristallisation affects also here by the liquid according to invention the total throughput of a such annex, since without a hour after hour nachkristallisation in the following working on steps can be done.

<p>A further preferential device for the execution of the procedure exhibits a runner, which forms drop-shaped pellets by suitable measures such as vibration, spraying or centrifuges. In a trap the pellets with the liquid according to invention are subjected and a installation for the separation of the liquid to the pellets and a further installation for the dressing and feedback of the liquid to provide for an optimum use of the liquid according to invention. Furthermore also this device exhibits a installation for maintaining a temperature of the liquid over 100°C and/or feeding arrangements for bringing in liquids, which produce crystallization germs at the surfaces of the pellets, and liquid-affecting parts of the device are formed from materials, which exhibit chemical and thermal stability opposite the liquid.

<p>Also this device shows favourably that with the introduction of the liquid according to invention the device becomes substantially more effective, particularly since the heat of fusion, which is into the drop, is converted directly in

crystallization warmth in the liquid, so that a long-continuous nachkristallisation can be avoided in the context of the following device components.

It none that so far well-known device components saved, but by installation to maintaining temperature liquid and by supply installation to bringing in liquids, which produce crystallization germs at the surface of the pellets and finally by the use of suitable materials, which chemical and thermally steady opposite the liquid are, which investment price for a such device increases opposite conventional devices, but but can the entire processing faster be accomplished and vorprodukte made available, which are not available so far on the market in the form.

Further characteristics, benefits and preferential applications of the invention are described in the following examples.

Example 1

A polyethylene terephthalate (PET) with a coefficient of viscosity (and/or Intrinsic viscosity) of 0,6 is delivered with a temperature of 285°C by a caster and formed to a large number of individual strands. These strands are supplied to a cooling bath from water with 20°C. In this wasserbad the strands become during a retention time of approx.. 0.4 s on a gumptionable condition cooled down.

After leaving the wasserbades the strands in a strand granulator are pelletiert. The pellets arrive as vorprodukt into a second liquid bath, which is filled with Triethylglycol (TEG) and is held on a temperature of 150°C. The retention time in this second bath consists of 10 minutes for the pellets. Subsequently, the crystallized pellets are supplied to the liquid separator and measured the crystallization degree of the pellets of 80%. In addition the dynamic difference calorimetry (and/or dynamic Scanning CalorimetryDSC) is used.

Example 2

A polyethylene terephthalate with a small coefficient of viscosity of 0,15 is delivered at a melt temperature by 250°C from a casting nozzle. The nozzle diameter consists of in each case 0.5 mm. When delivering the withdrawing melt strands are dripped by vibration. Drops with a diameter of approximately 1.2 mm arise. These fall after a drop route of approx.. 10 cm into a liquid bath filled with Ethylenglycol (EEC) by 20°C, in which they already indicate after a retention time of fractions of seconds by color change of transparency on white a crystallization. As a result of DSC surveys crystallization degrees of 100% arise.

Example 3

In a hot deduction device a melt of a thermoplastic polyester is delivered after a partial polycondensation with a coefficient of viscosity to 0,3 as pellets and subjected in a trap with the liquid according to invention. The liquid becomes on a temperature of approx.. 140 to 160°C held and essentially consists of Triethylglycol (TEG). After a retention time of approx.. 10 minutes in the liquid kept at a moderate temperature in a installation for the separation of the liquid from the pellets the liquid is separated and prepared and reconducted by means of suitable installations. The dried

pellets show a high crystallization degree and can be directly further processed.

Example 4

In a dripping annex polyethylene terephthalate to (PET) Schmelzentropfen into a liquid channel, which contains Triethylenglycol, and held temperatures between 140° C and 150° C is registered. According to a retention time of approximately 15 minutes in the liquid (from TEG) this from the rigid through-crystallized drop-shaped pellets is separated and supplied according to dressing of the liquid these the trial again.

Example 5

In a strand granulation annex by means of a runner a melt from polyethylene terephthalate is transferred into strands. The strands go through a precooling installation, which is filled with a Ethylenglycol containing liquid for 0,4 s. The Ethylenglycolfluessigkeit is held approx. 50°C, so that the strands cooling and form at the same time at their surfaces of crystallization germs. The in such a manner pre-treated strands are supplied to a granulation unity for the separation of the strands into pellets. The pellets arising thereby are afterwards supplied to a trap, which is filled with Triethylenglycol, which is held on a temperature between 130 and 160°C. In the trap the pellets remain to the installation for further 5 minutes and for the separation of the liquid by the pellets are then supplied, in which the liquid is recovered for the further dressing and feedback.

In this implementation example a combination between germ-forming liquid becomes favourable from Ethylenglycol, which forms germ formation centers in the surfaces of the strands at already low temperature, and accelerated a Durchkristallisation a substantially thereby accomplished, which after the Pelletierung been affected in a Triethylenglycolbad, which is held on a temperature, with which optimum crystallization conditions prevail.

- **claims**

- **numbered**

1. Procedure for granulation and crystallization

characterized by thermoplastic polyesters or Copolyestern after a partial polycondensation for a vorprodukt, whereby the vorprodukt is brought into a liquid, by the fact that the liquid after the entrance of the vorprodukts into the liquid the crystallization arrangement of the polyester accelerated and accelerated causes the crystallization condition that the liquid is held over 100°C or that the liquid produces crystallization germs at the surface of the vorprodukts.

2. Procedure according to demand 1, by the fact

characterized that the liquid is one of the liquid output components and/or one of the volatile separation components of a polycondensation.

3. Procedure according to demand 1 or 2, by the fact

characterized that the liquid is preferably regarded on a temperature within the range between 110°C to 180°C as a polyester of the type polyethylene terephthalate.

- 4. Procedure after one of the demands 1 to 3, by the fact characterized that the liquid for temperature ranges between 100°C and 150°C Ethylenglycol up to portions of 100% contains.**
- 5. Procedure after one of the demands 1 to 4, by the fact characterized that the liquid between 100°C and 230°C Triethylenglycol up to portions of 100% contains.**
- 6. Procedure according to demand 1, by the fact characterized that the liquid for temperatures under 100°C a Ethylenglycol, a Triethylenglycol or mixtures contains the same up to a portion of 100%.**
- 7. Procedure according to demand 1 or 6, by the fact characterized that the liquid for temperatures under 100°C contains a mixture from Ethylenglycol or Triethylenglycol and water up to portions of 100%.**
- 8. Procedure after one of the demands 1 to 7, by the fact characterized that as polyester a Polytrimethylterephthalat (PTT) or a polyethylene terephthalate (PET) is used.**
- 9. Procedure after one of the demands 1 to 8, by the fact characterized that the procedure is assigned during strand granulation, whereby a Pelletierung of the strands before and/or after treatment with the liquid immerses been affected, as first the vorprodukt withdraws in the form of polyester watering gene from a nozzle, into a first liquid bath, to pellets is granulated and the pellets into a second liquid bath to then dive, whereby that crystallizes polyesters in the liquid baths.**
- 10. Procedure after one of the demands 1 to 9, by the fact characterized that the procedure is used during hot deduction granulation, whereby a vorprodukt withdrawing from a runner is pelletiert directly with the withdrawal the pellets of the liquid is supplied and in this liquid to crystallize.**
- 11. Procedure after one of the demands 1 to 8, by the fact characterized that the procedure is assigned with a dripping trial, whereby the vorprodukt is transferred by suitable devices in drop form, the drops of the liquid is supplied and polyesters of the drops crystallizes.**
- 12. Device for the execution of the procedure according to demand 1 to 9, runner for transferring the melt into strands, a precooling installation for the introduction of the strands to a coolant, a granulation unity to the separation of the strands to pellets, a trap, in which the pellets with the liquid are subjected, a installation for the separation of the liquid characterized by the pellets and installations aufweisend:einen for the dressing and feedback of the liquid, by the fact that the device exhibits a installation for maintaining a temperature of the liquid over 100°C and/or feeding arrangements for bringing in liquids, which produce crystallization germs at the surfaces of the pellets, and that the liquid-affecting parts of the device exhibit materials, the chemical and thermal stability opposite the liquid possess**
- 13. Device for the execution of the procedure according to demand 1 to 8 or demand 10, exhibit-exhibiting one**

runner, a hot deduction device to the Pelletieren of the material to pellets, a trap, in which the pellets with the liquid are subjected, withdrawing from the runner, a installation for the separation of the liquid characterized by the pellets, and a installation for the dressing and feedback of the liquid, by the fact that the device exhibits a installation for maintaining a temperature of the liquid over 100°C and/or feeding arrangements for bringing in liquids, which produce crystallization germs, and that the liquid-affecting parts of the device exhibit materials, which opposite the liquid possesses at the surfaces of the pellets chemical and thermal stability.

14. Device to execution procedure after demand 1 to 8 or demand 11, exhibit-exhibiting one runner, which by suitable measures, how vibration, spraying or centrifuges form drop-shaped pellets, a trap, in which the pellets with the liquid are subjected, a installation for the separation of the liquid by the pellets, and a installation for the dressing and feedback of the liquid, by the fact characterized that the device exhibits a installation for maintaining a temperature of the liquid over 100°C and/or supply installations for bringing in liquids, which produce crystallization germs, and that the liquid-affecting parts of the device exhibit materials, which opposite the liquid possesses at the surfaces of the pellets chemical and thermal stability.

</list>

</text>

</content>

</contents>

</rec>

</database>